

PAT-NO: JP411029355A
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 11029355 A
TITLE: POLYCRYSTALLINE MAGNESIUM OXIDE VACUUM-
DEPOSITION
MATERIAL AND ITS PRODUCTION

PUBN-DATE: February 2, 1999

INVENTOR-INFORMATION:
NAME
TAKENOUCHI, TAKEYOSHI
SASAKI, HIROSHI

ASSIGNEE-INFORMATION:
NAME COUNTRY
MITSUBISHI MATERIALS CORP N/A

APPL-NO: JP09186127

APPL-DATE: July 11, 1997

INT-CL (IPC): C04B035/04, B01J002/14 , C01F005/02 , C23C014/24

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a polycrystalline MgO vacuum-deposition material capable of forming a MgO film having an approximately uniform thickness substantially without generating a splash, even when subjected to a vacuum-deposition treatment by an electron beam method.

SOLUTION: This polycrystalline MgO vacuum-deposition material comprises sintered pellets 11 having a MgO purity of $\geq 99.5\%$ and a relative density of $\geq 96\%$ and formed in a spherical shape. The crystal particle diameters of the pellets are 1-500 μm . Si and Al impurities are contained in the pellets 11 in element concentrations of ≤ 200 ppm and ≤ 200 ppm,

respectively. Ca, Zn
and Fe impurities are also contained in element concentrations of
≤250 ppm,
≤150 ppm and ≤50 ppm, respectively. Cr, V and Ni impurities
are also
contained in element concentrations of ≤10 ppm, ≤10 ppm and
≤10 ppm,
respectively. Na, K and C impurities are more also contained in
element
concentrations of ≤20 ppm, ≤20 ppm and ≤70 ppm,
respectively.

COPYRIGHT: (C)1999,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-29355

(43) 公開日 平成11年(1999) 2月2日

(51) Int.Cl.⁶

識別記号

F I

C 0 4 B 35/04

C 0 4 B 35/04

Z

B 0 1 J 2/14

B 0 1 J 2/14

C 0 1 F 5/02

C 0 1 F 5/02

C 2 3 C 14/24

C 2 3 C 14/24

E

審査請求 未請求 請求項の数6 OL (全 7 頁)

(21) 出願番号

特願平9-186127

(22) 出願日

平成9年(1997) 7月11日

(71) 出願人 000006264

三菱マテリアル株式会社

東京都千代田区大手町1丁目5番1号

(72) 発明者 竹之内 武義

埼玉県大宮市北袋町1丁目297番地 三菱

マテリアル株式会社総合研究所内

(72) 発明者 佐々木 博

埼玉県大宮市北袋町1丁目297番地 三菱

マテリアル株式会社総合研究所内

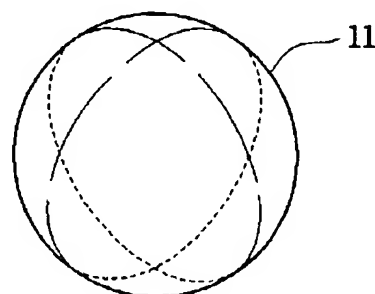
(74) 代理人 弁理士 須田 正義

(54) 【発明の名称】 多結晶MgO蒸着材とその製造方法

(57) 【要約】

【課題】電子ビーム法にて蒸着しても、スプラッシュが殆ど発生せずかつ成膜されるMgO膜の厚さを略均一に形成できる。

【解決手段】本発明の多結晶MgO蒸着材はMgO純度が99.5%以上かつ相対密度が96%以上の多結晶MgOの焼結体ペレット11からなり、このペレット11は球状に形成される。またペレット11の結晶粒径は1~500 μ mである。更にペレット11に含まれる、Si及びAlの不純物がそれぞれ元素濃度で200ppm以下、Caの不純物が元素濃度で250ppm以下、Zrの不純物が元素濃度で150ppm以下、Feの不純物が元素濃度で50ppm以下、Cr、V及びNiの不純物がそれぞれ元素濃度で10ppm以下、Na及びKの不純物がそれぞれ元素濃度で20ppm以下、Cの不純物が元素濃度で70ppm以下である。



11 焼結体ペレット

【特許請求の範囲】

【請求項1】 MgO純度が99.5%以上かつ相対密度が96%以上の多結晶MgOの焼結体ペレット(11)からなり、前記ペレット(11)が球状に形成された多結晶MgO蒸着材。

【請求項2】 多結晶MgOの焼結体ペレットの結晶粒径が1~500 μ mである請求項1記載の多結晶MgO蒸着材。

【請求項3】 多結晶MgOの焼結体ペレットに含まれる、Si及びAlの不純物がそれぞれ元素濃度で200ppm以下であり、Caの不純物が元素濃度で250ppm以下であり、Zrの不純物が元素濃度で150ppm以下であり、Feの不純物が元素濃度で50ppm以下であり、Cr、V及びNiの不純物がそれぞれ元素濃度で10ppm以下であり、Na及びKの不純物がそれぞれ元素濃度で20ppm以下であり、Cの不純物が元素濃度で70ppm以下である請求項1又は2記載の多結晶MgO蒸着材。

【請求項4】 純度が99.5%以上で平均粒径が0.1~3 μ mのMgO粉末を転動造粒機(13)の回転皿(13b)に入れた後にバインダを含む有機溶媒を噴霧することにより前記MgO粉末を造粒して球状の成形体(14)を成形する工程と、
前記回転皿(13b)に更にMgO粉末を入れかつバインダを含む有機溶媒を噴霧する作業を繰返して前記球状の成形体(14)を所定の大きさに成長させる工程と、
前記成長した成形体(14)を所定の温度で焼結する工程とを含む多結晶MgO蒸着材の製造方法。

【請求項5】 純度が99.5%以上で平均粒径が0.1~3 μ mのMgO粉末とバインダとを混練して解砕する工程と、
前記解砕したバインダを含むMgO粉末を転動造粒機の回転皿に入れた後に有機溶媒を噴霧することにより前記MgO粉末を造粒して球状の成形体(14)を成形する工程と、
前記回転皿に更にバインダを含むMgO粉末を入れかつ有機溶媒を噴霧する作業を繰返すことにより前記球状の成形体(14)を所定の大きさに成長させる工程と、
前記成長した成形体(14)を所定の温度で焼結する工程とを含む多結晶MgO蒸着材の製造方法。

【請求項6】 球状の成形体を1250~1350℃の温度で一次焼結した後、昇温して1500~1650℃の温度で二次焼結する請求項4又は5記載の多結晶MgO蒸着材の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、AC型のプラズマディスプレイパネルのMgO膜の成膜に適した多結晶MgO蒸着材とその製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 近年、液晶(Liquid Crystal Display : 50

LCD)をはじめとして、各種の平面ディスプレイの研究開発と実用化はめざましく、その生産も急増している。カラープラズマディスプレイパネル(PDP)についても、その開発と実用化の動きが最近活発になっている。PDPは大型化し易く、ハイビジョン用の大画面壁掛けテレビの最短距離にあり、既に対角40インチクラスのPDPの試作が進められている。PDPは、電極構造の点で金属電極がガラス誘電体材料で覆われるAC型と、放電空間に金属電極が露出しているDC型とに分類される。

【0003】 このAC型PDPの開発の当初は、ガラス誘電体層が放電空間に露出していたため、直接放電にさらされ、イオン衝撃のスパッタリングにより誘電体層の表面が変化して放電開始電圧が上昇していた。そのため、高い昇華熱を持つ種々の酸化物をこの誘電体層の保護膜とする試みがなされた。この保護膜は直接放電用のガスと接しているために重要な役割を担っている。即ち、保護膜に求められる特性は、①低い放電電圧、②放電時の耐スパッタリング性、③速い放電の応答性、及び④絶縁性である。これらの条件を満たす材料として、MgOが保護膜に用いられる。このMgOからなる保護膜は、誘電体層の表面を放電時のスパッタリングから守り、PDPの長寿命化に重要な働きをしている。

【0004】 現在、AC型PDPの上記保護膜として、単結晶MgOの破砕品を蒸着材とする電子ビーム蒸着法により成膜されたMgO膜が知られている。この電子ビーム蒸着法によるMgO膜は1000オングストローム/分以上の高速で成膜することができる。また成膜されたMgO膜の結晶方位は(111)面に配向した膜が最も低い維持電圧で駆動でき、更に膜中に存在する(111)面の量が増えるほど、二次電子の放出比は増大し、駆動電圧も減少すると言われている。なお上記単結晶MgOの破砕品は純度が98%以上のMgOクリンカや軽焼MgO(1000℃以下で焼結されたMgO)を電弧炉(アーク炉)で溶融することにより、即ち電融によりインゴットとした後、このインゴットから単結晶部を取出して破砕することにより製造される。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】 しかし、上記従来の単結晶MgOの破砕品は直方体であるため、この破砕品を蒸着材として用いた電子ビーム蒸着時に蒸着材のエッジに局所的に高エネルギーが与えられると、蒸着材の飛散(スプラッシュ)が発生し、蒸着効率が低下する不具合があった。このスプラッシュの発生防止には蒸着材の大型化が有効であると考えられているが、単結晶MgOの破砕品は脆弱であるため粉化しやすく、この破砕品を現行の粒径1~5mmより大きな一定のサイズに揃えることが困難であった。また上記従来の単結晶MgOの破砕品を蒸着材として用いた電子ビーム蒸着時に大面積のガラス誘電体層に対してMgO膜を均一に成膜す

ることが難しく、膜厚が均一にならない問題があった。この結果、MgO膜を成膜したガラス誘電体層をPDPに組込んだ場合に、電気的特性、例えば放電開始電圧や駆動電圧が高くなったり或いは変化したりする問題点があった。

【0006】一方、MgOクリンカや軽焼MgOは、海水から得られるMgCl₂を原料としていることが多く、このMgCl₂には比較的多くのCa、Si、Fe等の不純物が含まれるため、これらの不純物が単結晶MgO中に残留する。また単結晶MgOの製造過程におけるインゴットでは、このインゴットの中心から表面部に向って連続的に不純物量が増加しており、このため単結晶部の取出し方によって製品の純度が極めて容易に変動してしまい、単結晶MgOの純度の安定性や信頼性を欠く問題点があった。

【0007】これらの点を解消するために単結晶MgOに代えて多結晶MgOを用いる方法も考えられる。しかし種々の焼結助剤の添加により緻密化した高密度の多結晶MgOでは、組織的に結晶粒界に欠陥が存在する問題点があり、また純度を高くすると、密度が低くなる問題点があった。この結果、これらの多結晶MgO蒸着材を用いて電子ビーム蒸着法にてガラス誘電体層にMgO膜を成膜すると、結晶方位の(111)面への配向量が減少し、このガラス誘電体層をPDPに組込んだときの電気的特性が低下するため、多結晶MgOを蒸着材として使用できなかった。

【0008】本発明の目的は、電子ビーム蒸着法にて蒸着しても、スプラッシュを発生させずに高速でかつ均一に成膜できる多結晶MgO蒸着材とその製造方法を提供することにある。本発明の別の目的は、成膜されたMgO膜の膜特性を向上できる多結晶MgO蒸着材とその製造方法を提供することにある。本発明の更に別の目的は、焼結体ペレットが粉化せず、また設備コストが安価で量産に適した多結晶MgO蒸着材とその製造方法を提供することにある。

【0009】

【課題を解決するための手段】請求項1に係る発明は、図1に示すように、MgO純度が99.5%以上かつ相対密度が96%以上の多結晶MgOの焼結体ペレット11からなり、ペレット11が球状に形成された多結晶MgO蒸着材である。この請求項1に記載された多結晶MgO蒸着材では、高純度かつ高密度の多結晶MgOの焼結体ペレット11を用いてAC型PDP等のMgO膜を成膜すると、スプラッシュが極めて少なく高速で安定した成膜ができる。また焼結体ペレット11を球状に形成したので、ペレット11の欠けや割れが発生しない。この結果、ペレット11が粉化しないので、スプラッシュの発生は更に少なくなる。従って、膜厚分布を向上できるので、略均一な膜質を有するMgO膜を得ることができる。

【0010】請求項2に係る発明は、請求項1に係る発明であって、更に多結晶MgOの焼結体ペレットの結晶粒径が1~500μmであることを特徴とする。この請求項2に記載された多結晶MgO蒸着材では、上記範囲内の大きささまざまな粒径の結晶がモザイク状に焼結して焼結体ペレットが形成されるため、ペレットの強度及び密度が高くなり、隣接する結晶粒の粒界が密着して粒界における気孔の発生を低減できる。この結果、成膜されたMgO膜は優れた膜特性を有する。

10 【0011】請求項3に係る発明は、請求項1又は2に係る発明であって、更に多結晶MgOの焼結体ペレットに含まれる、Si及びAlの不純物がそれぞれ元素濃度で200ppm以下であり、Caの不純物が元素濃度で250ppm以下であり、Zrの不純物が元素濃度で150ppm以下であり、Feの不純物が元素濃度で50ppm以下であり、Cr、V及びNiの不純物がそれぞれ元素濃度で10ppm以下であり、Na及びKの不純物がそれぞれ元素濃度で20ppm以下であり、Cの不純物が元素濃度で70ppm以下であることを特徴とする。この請求項3に記載された多結晶MgO蒸着材では、成膜されたMgO膜に含まれる不純物が極めて少なくなるので、このMgO膜の膜特性は向上する。

20 【0012】請求項4に係る発明は、図1及び図2に示すように、純度が99.5%以上で平均粒径が0.1~3μmのMgO粉末を転動造粒機13の回転皿13bに入れた後にバインダを含む有機溶媒を噴霧することによりMgO粉末を造粒して球状の成形体14を成形する工程と、回転皿13bに更にMgO粉末を入れかつバインダを含む有機溶媒を噴霧する作業を繰返して球状の成形体14を所定の大きさに成長させる工程と、成長した成形体14を所定の温度で焼結する工程とを含む多結晶MgO蒸着材の製造方法である。この請求項4に記載された多結晶MgO蒸着材の製造方法では、請求項1に記載されたMgO純度が99.5%以上かつ相対密度が96%以上の多結晶MgOの焼結体ペレット11からなる多結晶MgO蒸着材を得ることができる。

30 【0013】請求項5に係る発明は、純度が99.5%以上で平均粒径が0.1~3μmのMgO粉末とバインダとを混練して解砕する工程と、解砕したバインダを含むMgO粉末を転動造粒機の回転皿に入れた後に有機溶媒を噴霧することによりMgO粉末を造粒して球状の成形体を成形する工程と、回転皿に更にバインダを含むMgO粉末を入れかつ有機溶媒を噴霧する作業を繰返すことにより球状の成形体を所定の大きさに成長させる工程と、成長した成形体を所定の温度で焼結する工程とを含む多結晶MgO蒸着材の製造方法である。この請求項5に記載された多結晶MgO蒸着材の製造方法でも、請求項4に記載された製造方法と同様に、MgO純度が99.5%以上かつ相対密度が96%以上の多結晶MgOの焼結体ペレットからなる多結晶MgO蒸着材を得るこ

5

とができる。また球状の成形体を1250～1350℃の温度で一次焼結した後、昇温して1500～1650℃の温度で二次焼結することが好ましい。

【0014】

【発明の実施の形態】次に本発明の実施の形態を図面に基づいて説明する。図1に示すように、本発明の多結晶MgO蒸着材はMgO純度が99.5%以上、更に好ましくは99.9%以上、かつ相対密度が96%以上、更に好ましくは97.5%以上の多結晶MgOの焼結体ペレット11からなる。またこの焼結体ペレット11は球状に形成される。このペレット11の直径は1～10mm、好ましくは3～6mmの範囲内に形成される。ペレット11の直径を上記範囲に限定したのは、成形性が良好で、取扱いに便利だからである。また焼結体ペレット11の結晶粒径は1～500μmの範囲内にあることが好ましい。ペレット11の結晶粒径を1～500μmと限定したのは、この範囲内の大きささまざまな粒径の結晶がモザイク状に焼結するため、強度が高くなり、隣接する結晶粒の粒界が密着して粒界における気孔の発生を低減できるからである。

【0015】多結晶MgOの焼結体ペレット11に含まれる不純物(Si, Al, Ca, Zr, Fe, Cr, V, Ni, Na, K及びC)の含有量は合計で850ppm以下であることが好ましい。また上記不純物の個別的な含有量は、Si及びAlの不純物がそれぞれ元素濃度で200ppm以下であり、Caの不純物が元素濃度で250ppm以下であり、Zrの不純物が元素濃度で150ppm以下であり、Feの不純物が元素濃度で50ppm以下であり、Cr, V及びNiの不純物がそれぞれ元素濃度で10ppm以下であり、Na及びKの不純物がそれぞれ元素濃度で20ppm以下であり、Cの不純物が元素濃度で70ppm以下であることが好ましい。上記各不純物が元素濃度で上記値を超えると、MgO蒸着材を電子ビーム蒸着法で成膜したガラス基板をパネルに組込んだときに、膜質にばらつきが生じるために、電気的特性、例えば駆動電圧が高くなったり或いは不安定になったりする不具合がある。

【0016】このように構成された多結晶MgO蒸着材の製造方法を図1及び図2に基づいて説明する。まず回転皿型転動造粒機13の回転皿13bを図2の実線矢印で示す方向に回転している状態で、純度が99.5%以上で平均粒径が0.1～3μmのMgO粉末を回転皿13bに入れた後に、MgO粉末が回転皿13bの傾斜した底上を均一に流れる、即ちMgO粉末が転がりながら上下に動くことを見ながら、スプレー器13fでバインダを含む有機溶媒を噴霧する。これによりMgO粉末が核粒子となって回転皿13b内で上下動しながら、核粒子同士が互いに結合し締め合い合って生(なま)密度の高い球状の成形体14が形成される。

【0017】ここで、MgO粉末の平均粒径を0.1～

6

3μmと限定したのは、0.1μm未満では、粉末が細かすぎて凝集するため、粉末のハンドリングが悪くなり、3μmを越えると、微細構造の制御が難しく、緻密な焼結体ペレット11が得られないからである。またMgO粉末の平均粒径を上記範囲に限定すると、焼結助剤を用いなくても所望の焼結体ペレット11が得られる利点もある。またバインダとしてはポリエチレングリコールやポリビニールブチラール等を、有機溶媒としてはエタノールやプロパノール等を用いることが好ましい。バインダは0.2～2重量%添加すれば十分である。

【0018】この実施の形態の回転皿型転動造粒機13は図2に詳しく示すように、支持台13aに傾斜角度を変更可能にかつ回転可能に取付けられた回転軸(図示せず)と、この回転軸の先端に固着され傾斜した平底を有する回転皿13bと、この回転皿13bの周縁に形成された成形体用出口13cに連なる成形体用シュート13dとを備える。またMgO粉末は原料用シュート13eから回転皿13bに供給され、バインダを含む有機溶剤はスプレー器13fの複数のノズル13gから噴霧されるように構成される。複数のノズル13gは図示しない管路に接続される。また図2の符号13hは回転皿13bの内周面に付着した造粒粉末を掻き落とすサイドスクレーパである。

【0019】次に原料用シュート13eから上記回転皿13bに更にMgO粉末を入れかつ複数のノズル13gからバインダを含む有機溶媒を噴霧する。これにより上記球状の成形体14が成長するので、この作業を繰返すことにより十分に密度の高くなった真球に近い所定の粒径(所定の直径)の成形体14を得ることができる。所定の大きさになった成形体14は成形体用シュート13dから転がって排出される。この成形体14はメカニカルプレス(金型プレス法)のような圧力による成形ではないため、金型と強く摩擦・圧縮されることがなく、成形体14に不純物が含まれることはない。また金型プレス法では、プレス成形の前処理としてスプレードライヤが必要であるが、本発明のように回転皿型転動造粒機13を用いると、スプレードライヤが不要になるので、設備コストが安価で量産に適する。

【0020】更に上記球状の成形体13を所定の温度で焼結する。焼結する前に成形体13を350～620℃の温度で脱脂処理することが好ましい。この脱脂処理は成形体13の焼結後の色むらを防止するために行われ、時間をかけて十分に行うことが好ましい。焼結は1250～1350℃の温度で1～5時間行う一次焼結と、この後に更に昇温して1500～1650℃の温度で1～10時間行う二次焼結とからなる二段焼結により行われる。

【0021】成形体13を先ず一次焼結するために昇温すると、1200℃から焼結が始まり、1350℃で焼結はかなり進む。この温度で一次焼結することにより、

粒径が大きくてもその表面と内部との焼結むら（組織構造の差）はなく、1500～1650℃の温度で二次焼結することにより、相対密度が100%に近い焼結体ペレット11が得られる。この結果、本発明の高純度かつ高密度のMgO焼結体ペレット11をプラズマディスプレイパネルに成膜すると、ペレット11が球状であるため、電子ビーム蒸着時のスプラッシュが少なく、膜特性の良好なMgO膜を得られる。

【0022】なお、この実施の形態では、平底の回転皿を有する回転皿型転動造粒機を挙げたが、多段底、変形底又は球面底の回転皿を有する回転皿型転動造粒機でもよい。また、上記二段焼結時の昇温速度を20～30℃/時間と遅くすれば更に緻密化を図ることができる。更に、この実施の形態では、成形体を二段焼結により焼結したが、焼結温度が1500～1650℃の範囲の一段焼結により成形体を焼結してもよい。

【0023】次に本発明の多結晶MgO蒸着材の別の製造方法を説明する。まず純度が99.5%以上で平均粒径が0.1～3μmのMgO粉末とバインダとを混練して所定の粒径に解砕する。バインダとしてはポリエチレングリコールやポリビニルブチラール等を用いることが好ましく、このバインダの添加量は0.2～2重量%であることが好ましい。また解砕後の平均粒径は10～100μmの範囲内であることが好ましい。次いで上記解砕したバインダを含むMgO粉末を転動造粒機の回転皿に入れた後に、バインダを含むMgO粉末が転がりながら上下に動くことを見ながら、スプレー器で有機溶媒を噴霧する。有機溶媒としてはエタノールやプロパノール等を用いることが好ましい。これにより上記第1の実施の形態と同様に、MgO粉末が核粒子となって回転皿内で上下動しながら、核粒子同士が互いに結合し締まり合

って生（なま）密度の高い球状の成形体が形成される。【0024】この実施の形態では、第1の実施の形態の傾斜した回転皿を有する回転皿型転動造粒機又は水平の回転皿を有する回転皿型転動造粒機等が用いられる。次に上記回転皿に更にバインダを含むMgO粉末を入れかつ有機溶媒を噴霧する。これにより上記球状の成形体が成長するので、この作業を繰返すことにより所定の大きさ、即ち所定の直径を有する成形体を得ることができる。以下の焼結工程は上記第1の実施の形態と同様であるので、繰返しの説明を省略する。

【0025】

【発明の効果】以上述べたように、本発明によれば、多結晶MgO蒸着材をMgO純度が99.5%以上かつ相対密度が96%以上の多結晶MgOの焼結体ペレットにより構成し、更にこのペレットを球状に形成したので、この高純度かつ高密度の多結晶MgOの焼結体ペレットを用いてAC型PDP等のMgO膜を成膜すると、スプラッシュが少なく効率的に成膜でき、略均一な膜厚を有するMgO膜を得ることができる。また焼結体ペレット

を球状に形成することにより、ペレットの欠けや割れが発生しないので、ペレットが粉化せず、スプラッシュの発生は更に少なくなる。この結果、MgO膜の成膜面積が大きくても、略均一に成膜することができるので、例えばMgO膜を成膜したガラス誘電体層をPDPに組込んだ場合に、放電開始電圧や駆動電圧を低く一定にでき、PDPの電気的特性を向上できる。

【0026】また多結晶MgOの焼結体ペレットの結晶粒径を1～500μmに形成すれば、この範囲内の大きささまざまな粒径の結晶がモザイク状に焼結して焼結体ペレットが形成されるため、ペレットの強度及び密度が高くなり、隣接する結晶粒の粒界が密着して粒界における気孔の発生を低減できる。この結果、成膜されたMgO膜は優れた膜特性を有する。また多結晶MgOの焼結体ペレットに含まれる、Si及びAlの不純物をそれぞれ元素濃度で200ppm以下に、Caの不純物を元素濃度で250ppm以下に、Zrの不純物を元素濃度で150ppm以下に、Feの不純物を元素濃度で50ppm以下に、Cr、V及びNiの不純物をそれぞれ元素濃度で10ppm以下に、Na及びKの不純物をそれぞれ元素濃度で20ppm以下に、Cの不純物を元素濃度で70ppm以下にすれば、成膜されたMgO膜に含まれる不純物が極めて少なくなるので、このMgO膜の膜特性は向上する。

【0027】また純度が99.5%以上で平均粒径が0.1～3μmのMgO粉末を転動造粒機の回転皿に入れた後にバインダを含む有機溶媒を噴霧することによりMgO粉末を造粒して球状の成形体を成形し、回転皿に更にMgO粉末を入れかつバインダを含む有機溶媒を噴霧する作業を繰返して球状の成形体を所定の大きさに成長させ、成長した成形体を所定の温度で焼結すれば、上記MgO純度が99.5%以上かつ相対密度が96%以上の多結晶MgOの焼結体ペレットからなる多結晶MgO蒸着材を得ることができる。更に純度が99.5%以上で平均粒径が0.1～3μmのMgO粉末とバインダとを混練して解砕し、この解砕したバインダを含むMgO粉末を転動造粒機の回転皿に入れた後に有機溶媒を噴霧することによりMgO粉末を造粒して球状の成形体を成形し、回転皿に更にバインダを含むMgO粉末を入れかつ有機溶媒を噴霧する作業を繰返すことにより球状の成形体を所定の大きさに成長させ、成長した成形体を所定の温度で焼結しても、上記製造方法と同様の効果が得られる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施形態の多結晶MgOの焼結体ペレットの正面図。

【図2】スラリーを成形する回転皿型転動造粒機の正面図。

【符号の説明】

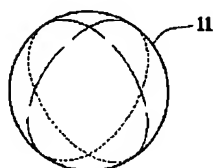
11 焼結体ペレット

13 回転皿型転動造粒機

14 成形体

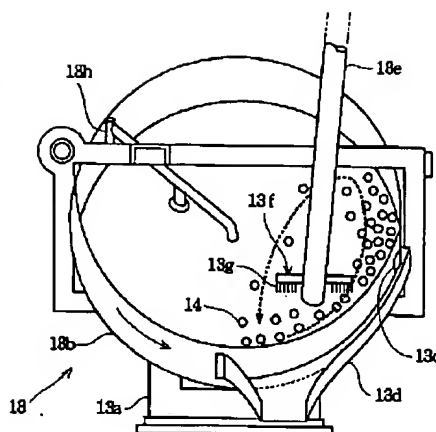
13b 回転皿

【図1】



11 焼結体ペレット

【図2】



13 回転皿型転動造粒機
13b 回転皿
14 成形体

【手続補正書】

【提出日】平成9年10月27日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0027

【補正方法】変更

【補正内容】

【0027】また純度が99.5%以上で平均粒径が0.1~3 μ mのMgO粉末を転動造粒機の回転皿に入れた後にバインダを含む有機溶媒を噴霧することによりMgO粉末を造粒して球状の成形体を成形し、回転皿に更にMgO粉末を入れかつバインダを含む有機溶媒を噴霧する作業を繰返して球状の成形体を所定の大きさに成長させ、成長した成形体を所定の温度で焼結すれば、上

記MgO純度が99.5%以上かつ相対密度が96%以上の多結晶MgOの焼結体ペレットからなる多結晶MgO蒸着材を得ることができる。更に純度が99.5%以上で平均粒径が0.1~3 μ mのMgO粉末とバインダとを混練して解砕し、この解砕したバインダを含むMgO粉末を転動造粒機の回転皿に入れた後に有機溶媒を噴霧することによりMgO粉末を造粒して球状の成形体を成形し、回転皿に更にバインダを含むMgO粉末を入れかつ有機溶媒を噴霧する作業を繰返すことにより球状の成形体を所定の大きさに成長させ、成長した成形体を所定の温度で焼結しても、上記製造方法と同様の効果が得られる。

【手続補正書】

【提出日】平成9年12月18日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】請求項4

【補正方法】変更

【補正内容】

【請求項4】純度が99.5%以上で平均粒径が0.1~3 μ mのMgO粉末を転動造粒機(13)の回転皿(13b)に入れた後にバインダを含む有機溶媒を噴霧することにより前記MgO粉末を造粒して球状の成形体を成形する工程と、前記回転皿(13b)に更にMgO粉末を入れかつ

バインダを含む有機溶媒を噴霧する作業を繰返して前記球状の成形体(14)を所定の大きさに成長させる工程と、前記成長した成形体(14)を所定の温度で焼結する工程とを含む多結晶MgO蒸着材の製造方法。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0012

【補正方法】変更

【補正内容】

【0012】請求項4に係る発明は、図1及び図2に示すように、純度が99.5%以上で平均粒径が0.1~

3 μ mのMgO粉末を転動造粒機13の回転皿13bに入れた後にバインダを含む有機溶媒を噴霧することによりMgO粉末を造粒して球状の成形体を成形する工程と、回転皿13bに更にMgO粉末を入れかつバインダを含む有機溶媒を噴霧する作業を繰返して球状の成形体14を所定の大きさに成長させる工程と、成長した成形

体14を所定の温度で焼結する工程とを含む多結晶MgO蒸着材の製造方法である。この請求項4に記載された多結晶MgO蒸着材の製造方法では、請求項1に記載されたMgO純度が99.5%以上かつ相対密度が96%以上の多結晶MgOの焼結体ペレット11からなる多結晶MgO蒸着材を得ることができる。